

**Der Einfluß des Mischungsverhältnisses
und der Anrührtemperatur auf das
Phosphatzement bei seiner Verwendung
als Befestigungsmittel**

Rolf Wiechmann

1967

AUS DER KONSERVIERENDEN ABTEILUNG
Vorstand: Prof. Dr. Dr. M. Schug-Kösters
DER KLINIK FÜR ZAHN-, MUND- UND KIEFERKRANKHEITEN
DER UNIVERSITÄT MÜNCHEN
Direktor: Prof. Dr. Dr. J. Heiss

**Der Einfluß des Mischungsverhältnisses
und der Anrührtemperatur auf das
Phosphatzement bei seiner Verwendung
als Befestigungsmittel**

Inaugural-Dissertation
zur Erlangung der Doktorwürde in der Zahnheilkunde
verfaßt und
einer Hohen Medizinischen Fakultät
der Ludwig-Maximilians-Universität zu München

vorgelegt von
Rolf Wiechmann
aus Berlin

München 1964

Gedruckt mit Genehmigung der Medizinischen Fakultät
der Universität München

Referent: Prof. Dr. Dr. M. SCHUG-KÖSTERS

Dekan: Prof. Dr. R. BACHMANN

Tag der mündlichen Prüfung: 16.6.1964



INHALTSVERZEICHNIS

- I. EINLEITUNG
- II. DAS PHOSPHATZEMENT
- III. PROBLEMSTELLUNG
- IV. LITERATUR
- V. VERSUCHSANORDNUNG
- VI. ERGEBNISSE
- VII. DISKUSSION
- VIII. ZUSAMMENFASSUNG
- IX. LITERATURVERZEICHNIS
- X. LEBENSLAUF

EINLEITUNG

Im Jahre 1878 wurden die bis dahin verwandten Zahnkitt durch das von dem Dresdner ROSTAING erfundene Zinkoxyphosphatzement abgelöst. Seither hat dieses Zement eine dominierende Stelle eingenommen und sie fast ein Jahrhundert unangefochten gehalten. Für viele Verwendungsarten wurde das Zement differenziert, schnell-, normal- und langsamhärtend. In mannigfachen Farben kam es auf den Markt. In neuerer Zeit versuchte der Kunststoff ihm seinen Rang streitig zu machen. Es gelang ihm nur teilweise bei pulpentoten Zähnen (Resin Zement Justi).

Nicht alle Forderungen MILLERS und FALCKs nach leichter Verarbeitbarkeit, guter Haftintensität, zahnähnlicher Farbe und Transparenz, Unschädlichkeit, schlechter Wärmeleitfähigkeit, Volumbeständigkeit, chemischer Widerstandsfähigkeit, bzw. ausreichender Toleranz gegenüber chemischen Reizen, Härte, Kohäsion und Adhäsion, erfüllt es maximal, aber als Unterfüllungsmaterial und Befestigungsmittel bei vitalen Zähnen wird in absehbarer Zeit kein besseres Material zu erwarten sein.

DAS PHOSPHATZEMENT

Die Zusammensetzung des Phosphatzementes hat sich im Laufe der Zeit kaum geändert. Das Pulver besteht im Wesentlichen aus gebranntem Zinkoxyd. Es finden sich je nach Verwendungszweck und Hersteller Beimengungen von Zinkphosphat, Zinkpyrophosphat, Magnesiumoxyd, Bismuttrioxyd, Silikaten und Farbstoffen. Die Flüssigkeit enthält Orthophosphorsäure und Wasser.

Die Abbindezeit des Phosphatzementes ist zum Wasseranteil der Säure umgekehrt, zur Glühdauer des Zinkoxyds direkt proportional, d. h. weniger Wasser bedeutet längere Abbindezeit, kürzere Glühdauer bedeutet kürzere Abbindezeit. EICHNER (5) sieht den Abbindevorgang wie folgt: Prinzipiell unterscheidet er zwischen einer sofort nach dem Anrühren einsetzenden Abbinde-reaktion (primäre Erhärtung) und einer im Laufe der folgenden Stunden und Tage ablaufenden Aushärtung (sekundäre Erhärtung), die hauptsächlich auf chemische Umbauvorgänge und Austauschprozesse zurückzuführen sei. Werden Pulver und Flüssigkeit zu einer plastischen Masse verarbeitet, so diffundiere die

Phosphorsäure zunächst in die Randbezirke der als Kristallkonglomerate aufzufassenden Pulverkörner ein. Dabei bildeten sich unter Freiwerden von Wasser, von der Peripherie zum Zentrum des Kernes fortschreitend Zonen von primären, sekundären und tertiären Zinkphosphaten. Die Kristallite dieser Verbindung seien langdimensionierte Gebilde, welche in den Randzonen sich gegenseitig verzahnten und verbacken würden, wodurch es zur primären Erhärtung käme, somit entstünde ein heterogener fester Körper, der trotz seines stöchiometrischen Überschusses an basischem Zinkoxyd, auf Grund seines Aufbaus im wässrigen Milieu oft schwach sauer reagiere. Die primäre Erhärtung sei abgeschlossen, wenn die Masse wie eine Tafelkreide bricht.

In der Aushärtungsphase gingen die sauren, dem Zentrum zugelegenen Randzonen immer mehr in tertiäres und sogar in basisches Zinkphosphat über. Während der Aushärtungsphase würde das entsprechend der summarischen Gleichung $3\text{ZnO} + \text{H}_3\text{PO}_4 = \text{Zn}_3(\text{PO}_4)_3 + 3\text{H}_2\text{O}$ gebildete und auch mit der Anrührflüssigkeit eingeschleppte H_2O zum Teil je nach Flüssigkeitsgehalt des umgebenden Milieus aus der Masse abgedampft.

Drei Autoren berichten von ihren Beobachtungen in drei verschiedenen Abschnitten des abgebandenen Phosphatzementes. So zeigt IDOLSKI (15) an der Zement-Dentin-Grenze an Hand von Photographien einen kristallinen Zwischenkörper. Sie versucht ihn durch die Umwandlung schwerlöslicher tertiärer Calciumphosphate und -karbonate in leichtlösliche primäre und sekundäre Phosphate zu erklären. Es fiel auf, daß die verkittende Zwischenschicht an Milchzähnen und Zähnen Jugendlicher wesentlich stärker ausgeprägt war, als an senilen oder stark abradierten Zähnen. Die starke Verkalkung scheint also den Umsetzungsprozeß zu hemmen.

An der Berührungsstelle des Phosphatzementes mit dem Speichel will KNAPP-WOST (17) die Bildung schwerlöslicher Zinkphosphate beobachtet haben. PROELL (24) schließlich schreibt von monatelangen chemischen Veränderungen des, wie er sich ausdrückt, in der Stubenluft belassenen Phosphatzementes.

Würden sich die Eigenschaften des Phosphatzementes mit den in der Einleitung erwähnten Forderungen von MILLER und FALCK decken, dann wäre das Phosphatzement der ideale Werkstoff. Dem ist jedoch leider nicht so. JÄNICKE (16) hebt hervor, daß das Phosphatzement als einziger Werkstoff Haftfähigkeit, chemische und thermische Indifferenz in sich vereinige. Zweifellos sind die Haftintensität und die thermische Indifferenz sowie die relativ leichte Verarbeitungsmöglichkeit die hervorstechendsten Merkmale. Was aber die chemische Indifferenz anbetrifft, so haben BRÄNNSTRÖM und NYBORG (1) in neueren Untersuchungen an Hunde- und Menschenzähnen, bei der Verwendung des

Phosphatzementes als Befestigungsmittel "Zurückgehen der Praedentinzone", teilweisen Verlust der Odontoblasten, Exsudatzellen und sogar einen Pulpenabszeß festgestellt. Sie empfehlen deshalb eine Isolierung. Die mangelnde Transparenz und die Löslichkeit schließen die Verwendung für die Deckfüllung aus. Hier bleibt nur die Anwendung als provisorisches Verschlußmaterial. Die Hauptaufgabe ist jedoch vorwiegend die Unterfüllung und die Verbindung zwischen Kavität und Inlay, bzw. zwischen Dentin und künstlicher Krone.

PROBLEMS TELLUNG

Bei der Auseinandersetzung mit dem Zinkoxyphosphatzement wird sofort die Problematik seiner beiden grundverschiedenen Anwendungsbereiche, nämlich einerseits als Unterfüllungszement und andererseits als Befestigungsmittel augenfällig. Das Zement wird einmal in einer sahnigen Konsistenz mit großem Flüssigkeitsanteil, zum Anderen in dicker Konsistenz mit viel geringerem Flüssigkeitsanteil verarbeitet. Daraus müssen natürlich verschiedene Ergebnisse resultieren. Diese Arbeit soll sich auf das Phosphatzement als Befestigungsmittel beschränken, ein begrenzter Schluß auf das Unterfüllungszement wird aber berechtigt sein.

Die Dosierung Pulver / Flüssigkeit geschieht in der Praxis gewohnheits- und gefühlsmäßig, die Anrührtemperatur wird, zumindest bei Phosphatzement, ganz außer Acht gelassen. Hat nun der Zahnarzt die Möglichkeit, durch zielbewußte Veränderung dieser Größen, den Erfolg seiner Arbeit zu beeinflussen? Dies zu klären ist Aufgabe dieser Arbeit. Die Prüfung dieser Frage wird durch die Ermittlung der Bruch- und Pendelschlagfestigkeit- auch Schlagbiegefestigkeit genannt- bei Zementprüfkörpern durchgeführt. Diese Prüfkörper sollen bei verschiedener Anrührtemperatur und bei verschiedenen Mischungsverhältnissen Pulver / Flüssigkeit hergestellt werden. Kann man aus Bruch- und Pendelschlagfestigkeit allein Schlüsse auf den Wert des zum Fixieren verwandten, erhärteten Zementes ziehen? Die Untersuchung dieser beiden mechanischen Eigenschaften genügt nicht. Von hervorragender Bedeutung ist die Haftintensität. HOEXBROE (12), IDOLSKI (15), SPANNER (26), RUFF, KUNERT (18a), DRUM (4), WEIKART (28), GRUMMT (8) und in jüngster Zeit an der Münchner Klinik GUTSCHE (9), HOPPE (14) und SCHMÖGER (25a) befaßten sich mit diesem Komplex. HARTUNG (10) experimentierte - parallel zu der vorliegenden Arbeit an der Münchner Klinik - mit der einzigen mechanischen Eigenschaft, deren Prüfung die Specification Nr. 8 der American Dental Association verlangt: Er stellte Versuche an, die die Abhängigkeit der Druckfestigkeit von

der Anrührtemperatur und dem Mischungsverhältnis aufzeigen sollen.

Als ein wichtiges Problem vor Beginn einer wissenschaftlichen Materialprüfung erweist sich die Frage der Normen. Für die Bruch- und Schlagpendelfestigkeit existieren keine Normen. HARTUNG (10) konnte die Vorschriften der Specification Nr. 8 der American Dental Association für die Prüfung der Druckfestigkeit anwenden. Diese Normen wurden aus Gründen, die die Literaturbetrachtung erörtern wird, auch für die vorliegende Arbeit übernommen.

L I T E R A T U R

a) Normung und Prüfmethoden

Ohne Materialprüfung ist ein Fortschritt in der Entwicklung eines Werkstoffes undenkbar. Solche Materialprüfungen sollten jedoch unter allgemeingültigen Normen und Bedingungen stattfinden, damit jederzeit Maßstab an sie angelegt werden kann. Solche Normen fehlten der zahnärztlichen Werkstoffkunde lange Zeit. Im Jahre 1937 arbeitete PAFFENBARGER (22) für die American Dental Association die Specification Nr. 8 for Dental Zink Phosphate Cement aus. Diese Normen wurden viel diskutiert und häufig abgelehnt. Oft war deshalb von einer eigenen deutschen Norm die Rede. Sie kam bis heute nicht zustande; es blieb bei Entwürfen. Allmählich hat nun die gesamte Industrie diese Normen als Maßstab übernommen. Trotzdem bauten bisher nur ganz wenige wissenschaftliche Arbeiten auf dieser Norm auf. Sie allein zeigen Anknüpfungspunkte und bieten die Möglichkeit eines Vergleiches. Die Ansichten über die Specification Nr. 8 sind, wie oben schon erwähnt wurde, geteilt. REBEL findet nach GRUMMT (8) die Normung des National Bureau of Standards der American Dental Association (im Folgenden NBS und ADA abgekürzt) in manchen Punkten so angreifbar, daß er sie als praktisch kaum verwertbar bezeichnet. WEIKART (28) greift die Übernahme der ADA Specification Nr. 8 als deutsche Prüfungsnorm an. Er hält sie allerdings bei Verwendung des Zementes als Befestigungsmittel für zweckmäßig. Nach seiner Ansicht sollten durch ein individuelles Mischungsverhältnis aus jedem Präparat die besten Eigenschaften herausgeholt werden. Er veröffentlicht den Entwurf zu einer deutschen Norm. Auf Bruch- und Schlagpendelfestigkeit geht er darin allerdings nicht ein, obwohl er später die Bestimmung der Schlagbiegefestigkeit für unbedingt notwendig hält.

DRUMM (4) weist deutlich auf die Gefahr einer Zersplitterung in der Materialprüfung hin, er sieht einen Ausweg nur darin, daß für jeden Werkstoff Prüfungsvorschriften herausgegeben werden, die allgemeine Gültigkeit haben, unter gleichzeitig genauer Angabe der zur Durchführung angewandten Prüfungsmetho-

den. Da nach seiner Ansicht die Druck- und Schlagpendelfestigkeit für ein Befestigungszement nicht so bedeutend ist wie für ein Dauerfüllungszement, lehnt er die Normung des Mischungsverhältnisses ab und fordert die Normung lediglich für die Standardkonsistenz. Auch NEUKOMM (20) unterstreicht die Wichtigkeit objektiver und einheitlicher wissenschaftlicher Prüfung.

Die Prüfungsnorm bietet die Möglichkeit des Vergleichs, sowie der Nachprüfung und der Reproduzierbarkeit verschiedener Versuchsreihen. Diese Möglichkeiten sollen aber auch innerhalb einer Arbeit gegeben sein. RAWITZER (25) hält die "Vorgeschichte", d. h. die Entstehung der Prüfkörper für wichtig. Nach seiner Forderung müssen die Bedingungen, unter denen die Messungen stattfinden, Rückschlüsse auf das Verhalten des Materials im Munde zulassen, sie müssen aber nicht mit den im Munde herrschenden Bedingungen identisch sein. Bei der Auswertung der Versuche hält er den Mittelwert für unwichtig und sucht den häufigsten Wert mit der Gauß'schen Fehlerkurve, darüber hinaus verlangt er genaue Angaben der Fehlergrenzen. Die Auswertung der Messungen nach RAWITZER (25) ist sicher ein Vorteil, würde aber wiederum ein Verlassen der Specification Nr. 8 zur Folge haben. Sie verlangt: "Die Auswertung der Druckfestigkeitswerte geschieht durch Mittelung von mindestens drei Werten aus fünf Messungen.

Wenn die Einzelwerte um mehr als 15 % des Mittelwertes variieren, werden sie ausgeschieden, und der Mittelwert aus den übrigen Werten gezogen":

Nach der Analyse der Beiträge zur zahnärztlichen Materialprüfung im Allgemeinen, sollen die nachfolgenden Arbeiten aus der Perspektive der mechanischen Untersuchungen der Phosphatzemente, speziell der Bruch- und Schlagpendelfestigkeit, unter besonderer Berücksichtigung der Anrührtemperatur und des Mischungsverhältnisses, behandelt werden.

b) Die Anrührtemperatur

Während bei Silikatzementen eine niedrige Anrührtemperatur wegen des damit zu erreichenden günstigeren Mischungsverhältnisses schon seit Langem gefordert wird, fand diese bei den Untersuchungen über Phosphatzemente bisher kaum Beachtung.

HÖXBROE (12), der sich mit der Klebe- und Druckfestigkeit der Phosphatzemente befaßt, folgt in seinen Ausführungen der Ansicht MOESERS und BRUCKMANN'S, die in ihren Arbeiten aus dem Jahre 1892 von einer schädlichen Wirkung der Kälte auf das Zement berichtet haben sollen und eine Erwärmung von Pulver, Flüssigkeit und Anrührplatte forderten.

COST (2) kommt später zu dem Ergebnis, daß die Phosphatzemente ganz er-

hebliche Mengen Säure abgeben, was IDOLSKI (15) schon früher mit einer sehr eleganten Methode nachgewiesen hatte. Er wies das Eindringen freier Säure in die Dentinkanälchen mit der Reduktionsfähigkeit von Goldchloridlösung durch Eisenvitriol nach. Dem Zement wurde Goldchlorid zugesetzt, das Dentin wurde mit Eisenvitriol imprägniert. Ein violetter metallischer Goldniederschlag zeigt das Eindringen der Säure an.

Das veranlaßt COST (2) zu der Forderung, das Zement in möglichst dicker Konsistenz anzurühren. Bei niedriger Anrührtemperatur könne der Flüssigkeit bei gleicher Konsistenz mehr Pulver beigegeben werden. Er folgert, daß die Säureabspaltung während des Erhärtens so bedeutend verringert und die Bildung von tertiären Phosphatsalzen stark begünstigt wird, da bei niedriger Temperatur der Gleichgewichtszustand $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2 = \text{ZnHPO}_4$, mehr zum tertiären Phosphat verschoben wird. COST (2) kam also, ähnlich wie jene Autoren, die sich mit der Verarbeitungsweise der Silikatzemente beschäftigten, auf chemische Weise zu seiner Forderung der niedrigen Anrührtemperatur.

Die Ermittlung COSTS (2), daß die Relation Pulver : Flüssigkeit zur Anrührtemperatur umgekehrt proportional ist, hat eine Untersuchung, wie weit diese Tatsache auf die mechanische Festigkeit des Zementes von Einfluß ist, herausgefordert.

Trotzdem ist PAFFENBARGER (22) noch sehr großzügig und fordert in seiner Specification Nr. 8 die Herstellung der Prüfkörper bei einer Temperatur zwischen 18 und 24 Grad Celsius, offenbar ohne zu erkennen, daß bei dieser Toleranz schon relativ erhebliche Festigkeitsunterschiede, besonders bei der von ihm geforderten Druckprüfung, die Folge sein müßten.

c) Die Abhängigkeit der Erhärtungsdauer und der Festigkeit vom Mischungsverhältnis

PRAEGER (23) versucht den Zusammenhang zwischen dem Mischungsverhältnis und der Erhärtungsdauer zu ergründen. Dabei stellt er fest, daß die Schleifhärte des Phosphatzementes, die er mit einem Sandstrahlgebläse prüft, mit dem Pulveranteil wächst.

d) Die Bruch- und Schlagpendelfestigkeit

Die oben besprochenen Arbeiten ließen also schon eine Zunahme der mechanischen Festigkeit des Phosphatzementes durch Erhöhung des Pulveranteiles und eine Verminderung der Konsistenz durch herabgesetzte Anrührtemperatur erkennen. Eine genaue experimentelle und statistische Nachprüfung kam bisher jedoch nicht zustande. Trotzdem die deutsche Industrie ihre Zemente fast durchweg auf Bruch- und Schlagpendelfestigkeit prüft, finden sich in der Literatur

kaum Angaben über solche Prüfungen.

1922 beschäftigt sich DIECK (3) mit der methodischen Prüfung der Silikatzemente. Er prüft die Stoßfestigkeit mit einem Fallhammer, der sich aus einer Höhe von 10 - 50 cm mit einem Gewicht von 0,37 kg in Schienen auf den Prüfkörper zu bewegt. Er mißt dann die maximale Höhe, aus der der Prüfkörper den Stoß eben noch aushält. Er macht keine Angaben über Form und Maß seiner Prüfkörper. Die Ergebnisse liegen zwischen 0,073 und 0,145 m/kg. Des Weiteren wird die Biegefestigkeit der Silikatzemente geprüft. DIECK (3) bedient sich hier eines Apparates, wie er in größeren Dimensionen auch zur Prüfung der Bauzemente verwandt wird. Das Prüfprisma liegt an den Enden auf zwei Biegeböcken auf. In der Mitte drückt ein Stempel von oben, der durch in einen Behälter rinnendes Schrot zunehmend belastet wird. Mit dem Bruch wird die Schrotzufuhr automatisch beendet. Die Maße des Prüfkörpers betragen: 4 x 4 x 25 mm. Der Abstand der Biegeböcke beträgt bei DIECK (3) 20 mm. Der Autor berechnet die Biegefestigkeit nach der Formel:

$$K_b = \frac{P \cdot x \cdot l}{4 \cdot W}$$

P = für den Bruch erforderliches Gewicht

l = Länge des Prismas zwischen den Auflagen

W = Widerstandsmoment = $\frac{h^3}{6}$

h = Querschnitt des Prüfprismas

DIECK (3) gibt die Meßergebnisse zwischen $k_b = 1,406$ und $K_b = 2,250$ an.

Die Silikatprüfkörper wurden aus verschiedenen Fabrikaten nach der Gebrauchsanweisung hergestellt. Angaben über Mischungsverhältnis und Konsistenz wurden nicht gemacht.

HENSEL (11) empfiehlt beinahe gleichzeitig die Nachahmung der Mundverhältnisse bei der Prüfung der Silikatzemente. Zur Prüfung der Bruchfestigkeit empfiehlt er eine ähnliche Apparatur wie DIECK (3). Die Belastung des Prüfkörpers erfolgt bei ihm allerdings durch Auflegen von Gewichten. Eine kontinuierliche Belastungszunahme ist damit unmöglich. Maße oder Ergebnisse gibt HENSEL (11) nicht an.

MILISCH (19) untersuchte das physikalische Verhalten verschiedener Phosphatzementfabrikate bei unterschiedlicher Anrührkonsistenz, nach Erhärten an der Luft unter mundähnlichen Verhältnissen. Als Maßstab diente die Schlagpendelfestigkeit; sie wurde in Zeitabständen von 1, 2, 3, 4, 5, 6, 24, 48 und 192 Stunden nach dem Erhärten gemessen. Die beiden zur Anwendung gelangten Konsistenzen waren "sahnig" und "derb" und wurden durch das Gewichtsver-

hältnis Pulver : Flüssigkeit für jedes Fabrikat einzeln festgelegt. Zur Herstellung der 10 x 4 x 4 mm messenden Prüfkörper diente eine Metallpresse, die mit einem Aceton-Zelluloidlack überzogen war. Nach 33 Sekunden Anrührzeit wurde das Zement in die Presse gefüllt und sofort in den Hygrophor verbracht. Zur Feststellung des Erhärtungszeitpunktes wurde eine Probekugel außerhalb des Hygrophors belassen. Sofort nach dem Erhärten wurden die Prüfkörper aus der Form entfernt und bis zur Prüfung zu den angegebenen Zeiten zum einen Teil in Luft bei Zimmertemperatur und zum anderen Teil im Hygrophor bei 37 Grad Celsius und 100 % Luftfeuchtigkeit aufbewahrt.

Der Autor erfüllte also RAWITZERS (25) Forderung nach der Beschreibung der Vorgeschichte der Entstehung der Prüfkörper. Eine Voraussetzung für den Vergleich, die Nachprüfung und die Reproduzierbarkeit ist also gegeben. Die kritische Betrachtung aber zeigt, daß sowohl Lufttemperatur und Feuchtigkeit während des Anrührens, als auch Anrührtemperatur vollständig außer Acht gelassen wurden. Die Ergebnisse sind also zumindest aus der Sicht der Konsistenzermittlung mit Zurückhaltung zu beurteilen.

Zusammenfassend kommt MILISCH (19) zu dem Ergebnis, daß Feuchtigkeitszutritt bei abgebundenem Phosphatzement die Schlagpendelfestigkeit erhöht. Sie lehnt daher einen Lacküberzug für die Praxis ab.

Bei der Mannigfaltigkeit der Untersuchungen GRIESERS (7), - er untersucht Phosphat-, Silikat- und Steinzemente auf Anrührzeit, Abbindung, Volumenveränderung, Widerstand gegen Kaudruck, Stoßfestigkeit, Haftintensität, Porosität, Wärmeleitvermögen, Hydratisierung, Löslichkeit und Transparenz -, kommen die Experimente im Einzelnen zu kurz. So zieht er aus seinen Schlagpendeluntersuchungen keine Schlußfolgerungen. Die Arbeit bringt lediglich die Meßwerte verschiedener Fabrikate, die er nach viertägiger Aufbewahrung der Prüfkörper im Wärmeschränk bei 37°C und einer Luftfeuchtigkeit von 57 % bekommt. Die Maße der Körper betrug 14,5 x 10 x 3 mm. Pulver und Flüssigkeit wurden im Gewichtsverhältnis 1 : 2 angerührt. Angaben über Anrührtemperatur und Konsistenz wurden nicht gemacht. Der Verfasser bezeichnet die Schlagpendelfestigkeit sehr mißverständlich als Stoßfestigkeit, wohingegen von HOFEN (13) die Stoßfestigkeit mit einem Fallgewichtsapparat prüft. Das Fallgewicht fällt, an zwei Stahlstangen geführt, auf einen Prüfkörper von Würfelform auf.

Experimente über Bruchfestigkeit hat bisher lediglich VOLKMANN (27) veröffentlicht, wobei leider auch nur bedingt die Möglichkeit eines Vergleiches gegeben ist. Er hält die amerikanische Methode der Ermittlung der Anrührkonsistenz für nicht exakt genug und benutzt daher für seine Versuche eine Konsistenz, die es erlaubt, mit dem Lentulo einen Wurzelkanal abzufüllen. Das Anrühren erfolgt auf einer mit 20°C temperierten Platte. Die Prüfkörper

messen 25 x 4 x 4 mm und lagerten 24 Stunden vor der Prüfung in Wasser mit gleichbleibender Temperatur.

VOLKMANN (27) bringt seine Bruchfestigkeitsmeßergebnisse in Verbindung zur Porosität und kommt zu dem überraschenden Ergebnis, daß das Phosphatzement höherer Bruchfestigkeit der Zersetzung in der Mundhöhle größeren Widerstand leistet.

Aus dem Vorangegangenen wird klar ersichtlich, welche Tragweite RAWITZERS (25) Forderung nach der Reproduzierbarkeit hat. Das Außerachtlassen wesentlicher Faktoren, sowie die ungenaue Wiedergabe der Versuchsanordnung, lassen das Ergebnis vieler Experimente als fragwürdig erscheinen.

VERSUCHSANORDNUNG

Einleitend sei nochmals darauf hingewiesen, daß die Untersuchungen zur Feststellung der Bruch- und Schlagpendelfestigkeit nach den Vorschriften der American Dental Association Specification Nr. 8 for Dental Zink Phosphate Cement, first Revision, zur Prüfung der Druckfestigkeit, durchgeführt wurden.

Für alle Versuche wurde serienmäßiges, normalhärtendes Phosphatzement der Firma BAYER aus der gleichen Partie verwandt. Es war ganz frisch aus der laufenden Produktion entnommen worden, also identisch mit dem Zement, das der Zahnarzt zur gleichen Zeit auf dem Markt beziehen konnte. Das wird deshalb betont, weil Vorversuche zum Teil mit einem Zement stattgefunden hatten, das mehrere Jahre gelagert war und außerordentlich verlängerte Abbindezeiten gezeigt hatte. Diesen Vorgang zu erklären ist deshalb unmöglich, weil die genaue Zusammensetzung der Flüssigkeit, - sie war der schuldige Teil -, wie die Nachprüfung ergab, Betriebsgeheimnis ist. An sich wird die Erhärtungszeit mit dem Wassergehalt der Flüssigkeit reguliert, wenn man von der Glühdauer des Zinkoxyds absieht. Ein Wasserverlust konnte jedoch nicht eingetreten sein, da das Volumen der Flüssigkeit sich nicht verringert hatte. Braune Schlieren am Boden des Behälters waren allein verdachterregend. Die Veränderung muß aber während der Lagerung stattgefunden haben, denn die Nachforschung ergab, daß das Material bei Verlassen des Herstellers noch völlig normale Erhärtungszeiten aufgewiesen hatte.

Von großer Bedeutung war die Konsistenz des angerührten Zementes. Die Versuche sollten sich um die Standardkonsistenz gruppieren. Sie deckt sich etwa mit der in der Praxis zum Einzementieren verwandten Konsistenz. Auch

WEIKART (28) hält die Standardkonsistenz der Specification Nr. 8, bei der Verwendung des Zementes als Befestigungsmittel für zweckmäßig. Die von der ADA geforderte Standardkonsistenz wird wie folgt ermittelt:

Bestimmte Gewichtsmengen Pulvers werden mit $0,5 \text{ cm}^3$ Säure angerührt. Das weiche Zement wird in ein Glasrohr gefüllt, und von dort werden $0,5 \text{ cm}^3$ des Inhaltes auf eine Glasplatte gebracht. Drei Minuten nach Beginn des Anrührens wird eine zweite Glasplatte, deren Gewicht 20 gr betragen soll, so auf das Zement aufgelegt, daß sich die Masse unterhalb des Schwerpunktes befindet. Oben- auf wird ein Zusatzgewicht von 100 gr gelegt. Das Gewicht des Pulvers wird so- lange verändert, bis der Durchmesser der Flachgedrückten Zementmasse, 10 Mi- nuten nach Beginn des Anrührens, $30 \pm 1 \text{ mm}$ beträgt. Das Verhältnis Pulver / Flüssigkeit, das sich aus dem Mittel dreier solcher Messungen errechnet, ergibt die Standardkonsistenz. Nach PAFFENBARGER (22) soll die Herstellung der Probe körperchen zwischen 18°C u. 24°C und bei einer relativen Luftfeuchtigkeit von 55% 75% geschehen. Bei unserem Zement lag die Standardkonsistenz bei 21°C Luft- und Plattentemperatur und einer relativen Feuchtigkeit von 55 % bei

1,2 gr Pulver für $0,5 \text{ cm}^3$ Säure.

Bei allen Versuchen fordert die Specification eine bestimmte Anrührtechnik. Dabei soll:

in den ersten	10 sec.	d.	Anrührens	1/16 d.	Gesamtpulvermenge
in den nächst.	10 sec.	d.	Anrührens	1/16 d.	Gesamtpulvermenge
" " "	10 sec.	"	"	1/8	"
" " "	15 sec.	"	"	1/4	"
" " "	15 sec.	"	"	1/4	"
" " "	30 sec.	"	"	1/4	"

mit einem Achat- oder Knochenspatel gleichmäßig in die gesamte Flüssigkeit eingerührt werden. Das Anrühren selbst geschah auf einer Platte, deren Tempera- tur durch das darin befindliche Wasser mit Hilfe eines Thermometers reguliert wurde. Dadurch, daß die Platte bis kurz vor Versuchsbeginn in Wasser aufbewahrt wurde, das die gewünschte Temperatur aufwies, wurde erreicht, daß die Platte auch dort, wo sie mit der wärmeren oder kälteren Luft in Berührung kam, an- nähernd die Temperatur aufwies, die das Thermometer im Inneren zeigte.

Zwei Größen wurden bei der Herstellung der Probekörper verändert.

1) Die Anrührtemperatur

Im Mittelpunkt stand die Temperatur, die durchschnittlich in der Praxis herrscht, 21°C . Sie wurde sowohl nach unten als auch nach oben verändert, wobei nach beiden Richtungen Grenzen gesetzt waren. Nach oben durch die zu dicke Kon- sistenz, die ein einwandfreies Einbringen in die Form nicht mehr ermöglichte, nach unten durch das sich auf der Platte bildende Kondenswasser. Folgende

Temperaturen kamen zur Anwendung:

12°C, 15°C, 18°C, 21°C, 24°C.

2) Die Konsistenz

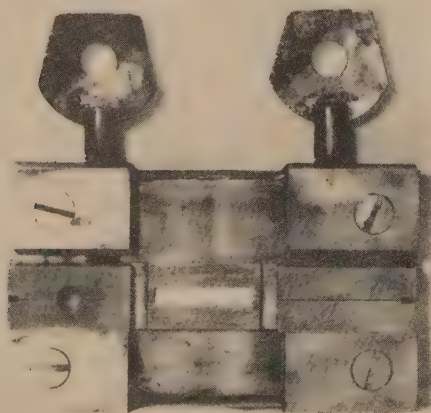
Hier blieb die Flüssigkeitsmenge konstant, das Gewicht des Pulvers wurde verändert. Im Mittelpunkt stand die Standardkonsistenz, mit einem Verhältnis von 0,5 cm³ Flüssigkeit zu 1,2 gr Pulver. Folgende Pulvermengen kamen zur Anwendung:

0,8 gr, 0,9 gr, 1,0 gr, 1,1 gr, 1,2 gr, 1,3 gr, 1,4 gr, 1,5 gr.

Sofern es die Konsistenz zuließ, wurden alle Mischungsverhältnisse bei allen Temperaturen geprüft.

Für die Bruch- und Schlagpendelprüfung konnte derselbe Prüfkörper verwandt werden. Er hatte in Anlehnung an das Bayer-Prüflabor die Maße 4 x 4 x 25 mm.

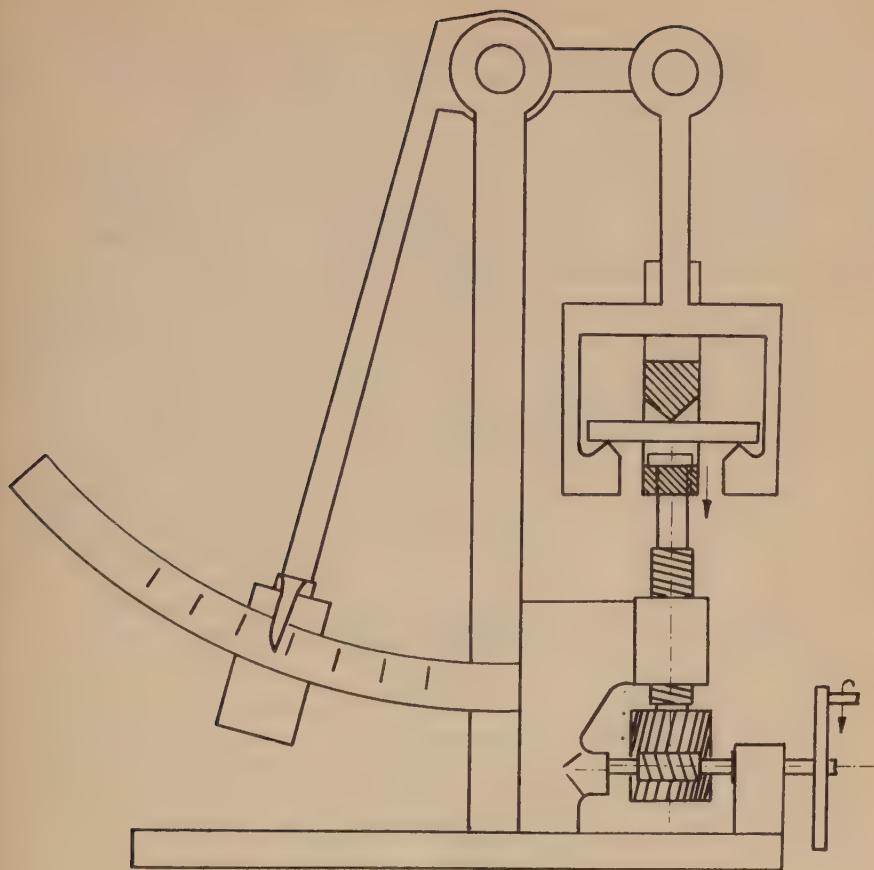
Zur Herstellung diente eine zweiteilige Stahlform, deren Boden ein Objektträger bildete, das Ganze wurde von einer Zwinke zusammengehalten. Die Form wurde vor dem Einbringen der Zementmasse mit einer Paraffin-Benzinlösung isoliert. Im Nachfolgenden richtet sich die Versuchsanordnung wieder genau nach der ADA Specification Nr. 8. Nach 90 sec des Anrührens verbleiben abermals 90 sec zum Einbringen der Masse in die Form. Drei Minuten nach Beginn des Anrührens wird die Form in eine Atmosphäre von 37°C und 100 % relativer Luftfeuchtigkeit gebracht. Dreißig Minuten später wird die Form aus dem Hygrophor genommen, der Prüfkörper auf Fehler - Blasen - untersucht und umgehend in destilliertes Wasser von Zimmertemperatur gelegt. Darin verbleiben die Körper sieben Tage bis zur Prüfung.



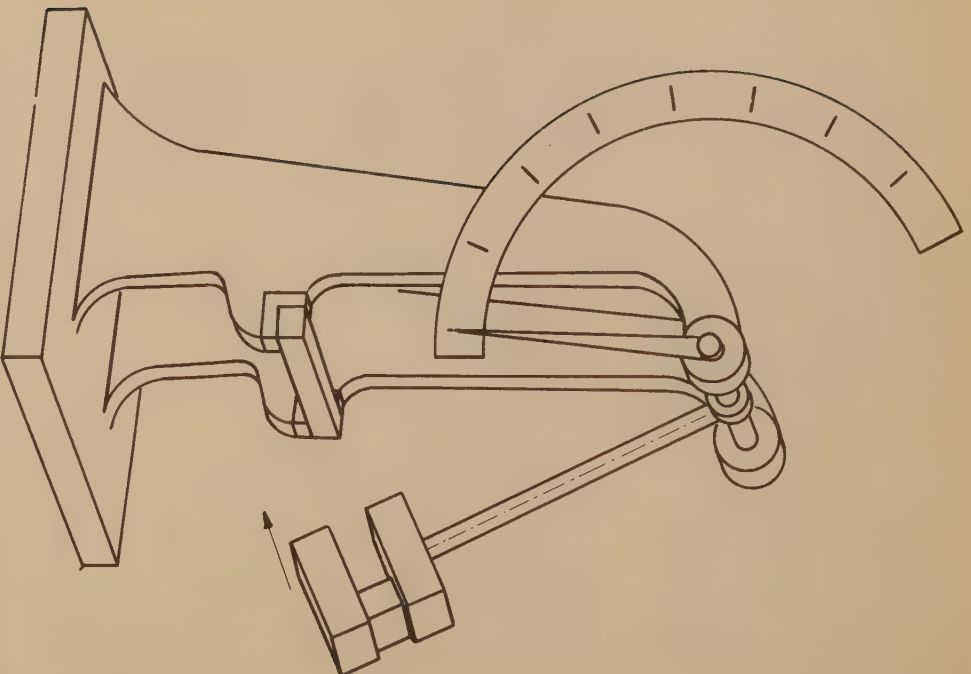
Stahlform zur Herstellung der Prüfkörper

Die Prüfung erfolgte in den Bayer-Prüflabors in Leverkusen. Jeder Prüfkörper wurde zunächst auf seine Bruchfestigkeit untersucht, dies geschah mit dem Biegeprüfgerät der Firma Louis SCHOPPER, Leipzig. Der Probekörper wurde so auf zwei Biegeböcke aufgelegt, daß er auf jeder Seite 2,5 mm Auflage hat und dazwischen 20 mm hohl liegt. Dann nähert sich der Prüfkörper kontinuierlich mit der Hand über ein Antriebsrad und eine Gewindestange bewegt, dem Probekörper, der wie die Biegeböcke ein dreieckiges Profil hat, bis zur Berührung. Nun zeigt beim Weiterdrehen ein Schleppzeiger die angewandte Last an. Beim Bruch bleibt er auf der erreichten Prüflast stehen, die Kraftanzeige kann in kg abgelesen werden.

Eine Hälfte des in zwei Teile zerbrochenen Bruchkörpers wird anschliessend zur Schlagpendelprobe verwandt. Hierbei kommt das Pendelschlagwerk der Firma VEB Werkstoffprüfmaschinen, Leipzig zur Anwendung. Dieses Gerät wurde mit einem Schraubstock zum Einspannen der Proben modifiziert. Das durch einen Hebel auslösbare Schlagpendel fällt aus bestimmter Höhe und schlägt den Probekörper ab. Der Pendelausschlag zur anderen Seite ist der vom Prüfkörper aufgenommenen Schlagarbeit umgekehrt proportional. Sie wird durch einen Schleppzeiger unmittelbar in kgcm angezeigt.



Schematische Skizze des oben beschriebenen Biegeprüfgerätes.



Schematische Skizze des oben beschriebenen Pendelschlagwerkes.

ERGEBNISSE

Jede Temperatur- und Konsistenzversuchsreihe umfaßte 25 Prüfkörper. Hier wurde bewußt von PAFFENBARGERS (22) Forderung nach fünf Messungen abgewichen, um eine größere statistische Genauigkeit zu erreichen. 825 Prüfkörper wurden hergestellt, und 1650 Messungen durchgeführt. An dieser Stelle sei noch darauf hingewiesen, daß die allgemein verwandten Ausdrücke Bruch- und Schlagpendelfestigkeit in der üblichen Anwendung unzutreffend sind. Bei den in der Literatur und in den nachfolgenden Tabellen angegebenen Werten, handelt es sich bei den Bruchversuchen um die Bruchlast, sie wird in kg angegeben. Bei den Schlagpendelversuchen handelt es sich um die von den Probekörpern aufgenommene Schlagarbeit, sie wird in kgcm angegeben. Um die Festigkeit zu bekommen mußten diese Werte in Beziehung zum Querschnitt der Probe und zum Abstand zwischen Auflage bzw. Fixierung des Prüfkörpers und Berührungslinie des Druckstempels bzw. Schlagpendels gesetzt werden. ähnlich, wie das DIECK (3) empfohlen hat. In den Prüflabors der Industrie und in den bisher vorliegenden Dissertationen wurde ebenfalls darauf verzichtet. Es ist jedoch unabdingbare Voraussetzung für die Reproduzierbarkeit der Versuche, diese Maße anzugeben.

Die Bewertung der Ergebnisse bleibt ohne Zuhilfenahme der Statistik fruchtlos. Die Statistik, also die systematisch Massenbeobachtung, das Auszählen nach bestimmten Gesichtspunkten, hat den Zweck der Aufdeckung charakteristischer Erscheinungen in der Mannigfaltigkeit der Masse. PAFFENBARGER (22) verlangt für die statistische Auswertung, daß alle Werte, die um mehr als 15 % vom Mittelwert tendieren, eliminiert werden, bevor der Durchschnitt errechnet wird. Diese Methode genügt den modernen statistischen Anforderungen nicht mehr. Die Angabe der Fehlergrenzen, wie sie auch RAWITZER (25) gefordert hat, hat sich als notwendig erwiesen. Die Streuung oder mittlere quadratische Abweichung s^2 errechnet sich aus nachfolgender Formel:

$$s^2 = \frac{1}{N - 1}$$

N	=	Anzahl der Einzelversuche
$\bar{x}$	=	errechneter Mittelwert
x_i	=	Versuchswert
$x_i - \bar{x}$	=	Differenz zwischen Versuchswert und Mittelwert

In den nachfolgenden Tabellen wird jeweils der Mittelwert und die dazugehörige mittlere quadratische Abweichung s^2 angegeben.

Wenn die Angabe der Ergebnisse in der Tabelle fehlt, erwies sich die blasenfreie Herstellung von Prüfkörpern wegen der zu dicken Konsistenz als unmöglich. So konnten bei einer Anrührtemperatur von 21°C die Proben mit einem Pulveranteil von 1,4 gr und 1,5 gr und bei 24°C mit einem Pulveranteil von 1,1 gr bis 1,5 gr nicht angefertigt werden.

TABELLE I

Die Abhängigkeit der Bruchfestigkeit von dem Mischungsverhältnis
Pulver - Flüssigkeit und der Temperatur der Anrührplatte.

Bruchlast in kg, in Klammer die mittlere quadr. Abweichung

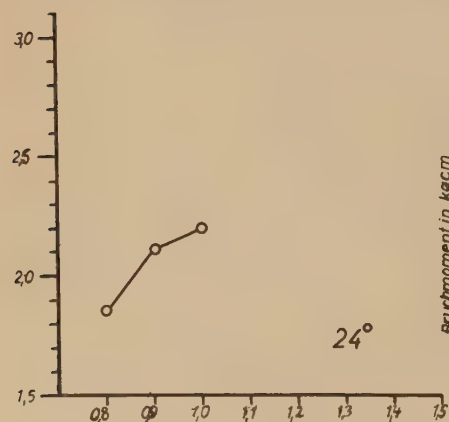
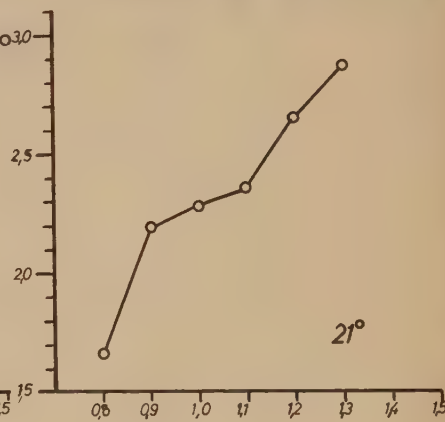
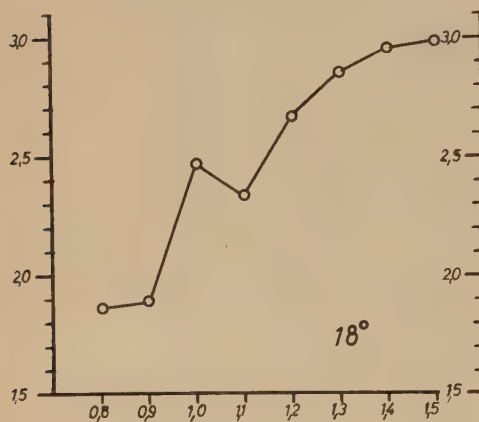
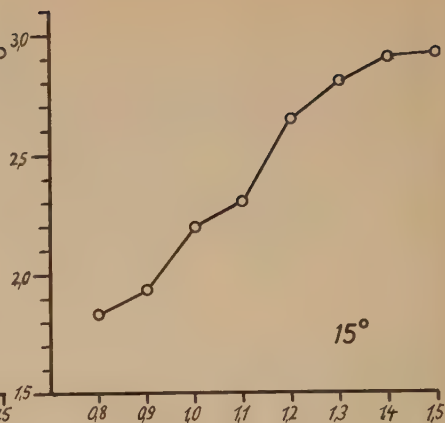
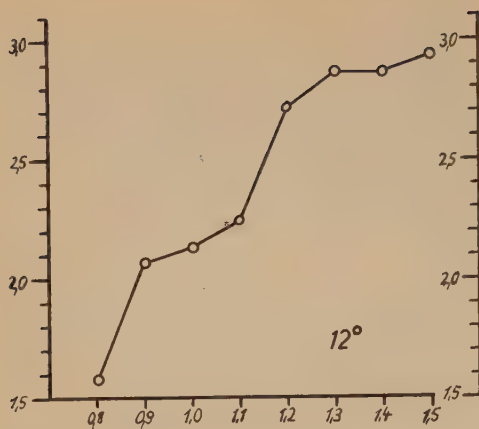
Pulverant. in gr bei 0,5 ccm Säure	Bruchlast in kg				
0,8	1,581 (0,072)	1,835 (0,082)	1,861 (0,072)	1,662 (0,058)	1,853 (0,085)
0,9	2,073 (0,049)	1,930 (0,085)	1,894 (0,042)	2,197 (0,110)	2,109 (0,059)
1,0	2,129 (0,041)	2,192 (0,067)	2,470 (0,069)	2,288 (0,035)	2,198 (0,053)
1,1	2,245 (0,104)	2,300 (0,067)	2,337 (0,105)	2,354 (0,067)	
1,2	2,718 (0,055)	2,643 (0,083)	2,669 (0,111)	2,650 (0,111)	
1,3	2,864 (0,003)	2,800 (0,073)	2,854 (0,028)	2,877 (0,049)	
1,4	2,860 (0,073)	2,898 (0,026)	2,953 (0,011)		
1,5	2,938 (0,026)	2,919 (0,030)	2,986 (0,001)		
Platten- temperatur	12° C	15° C	18° C	21° C	24° C

TABELLE II

Die Abhängigkeit der Schlagpendelfestigkeit von dem Mischungsverhältnis Pulver - Flüssigkeit und der Temperatur der Anrührplatte.

Zum Bruch verbrauchte Schlagarbeit in kgcm, in Klammern die mittlere quadr. Abweichung

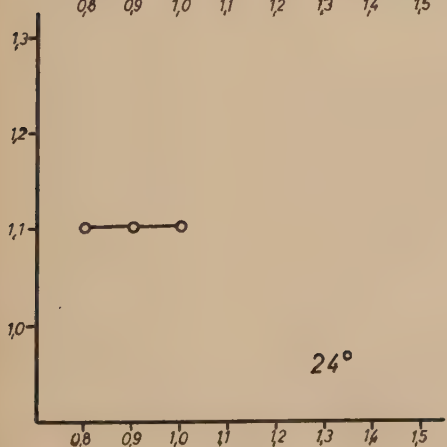
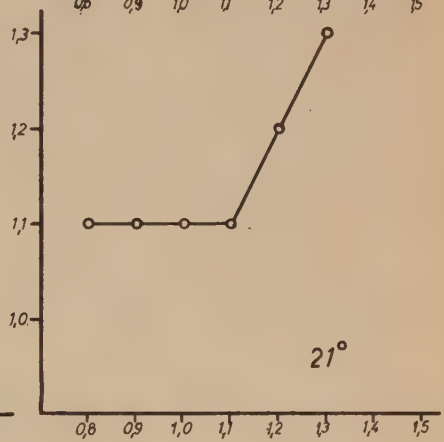
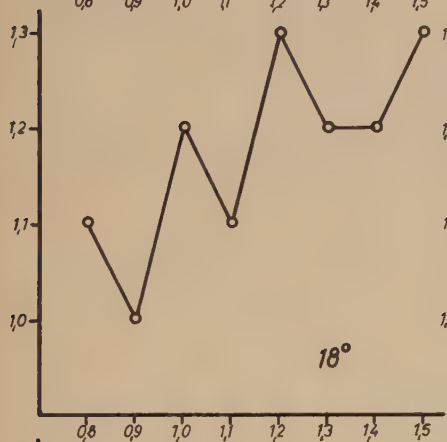
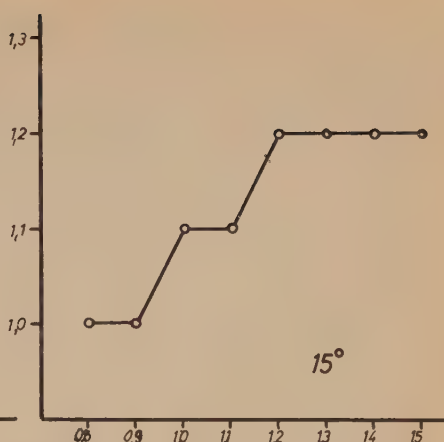
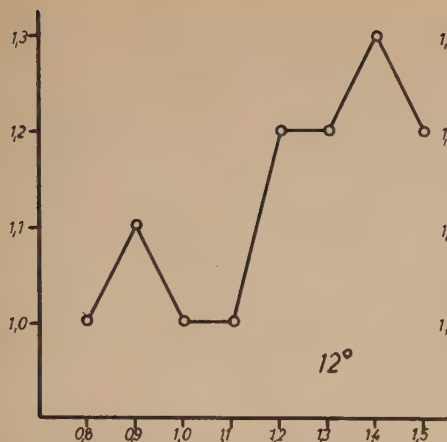
Pulverant. in gr bei 0,5 ccm Säure	Schlagarbeit in kgcm				
0,8	1,0 (0,023)	1,0 (0,029)	1,1 (0,014)	1,1 (0,022)	1,1 (0,017)
0,9	1,1 (0,024)	1,0 (0,015)	1,0 (0,044)	1,1 (0,027)	1,1 (0,035)
1,0	1,0 (0,021)	1,1 (0,014)	1,2 (0,027)	1,1 (0,029)	1,1 (0,018)
1,1	1,0 (0,023)	1,1 (0,024)	1,1 (0,028)	1,1 (0,027)	
1,2	1,2 (0,015)	1,2 (0,025)	1,3 (0,024)	1,2 (0,028)	
1,3	1,2 (0,037)	1,2 (0,024)	1,2 (0,038)	1,3 (0,037)	
1,4	1,3 (0,024)	1,2 (0,065)	1,2 (0,035)		
1,5	1,2 (0,037)	1,2 (0,022)	1,3 (0,042)		
Platten- temperatur	12° C	15° C	18° C	21° C	24° C



Kurven 1-5
 Bruchfestigkeit in Abhängigkeit
 vom
 Mischungsverhältnis
 bei verschiedenen
 Anrührtemperaturen

Bruchmoment in kg/cm

g Pulver / 0,56cm Säure



Kurven 6 - 10
Schlagfestigkeit in Abhängigkeit
vom
Mischungsverhältnis
bei verschiedenen
Anrührtemperaturen

Bruchmoment in kgcm

g Pulver / 0,5ccm Säure

Die Auswertung der Meßergebnisse geschieht am einfachsten an Hand der graphischen Darstellungen. Die Kurven 1 bis 5 zeigen anfänglich ein steiles und nahezu gleichmäßiges Ansteigen der Bruchfestigkeit mit zunehmendem Pulveranteil. Bei 1,5 gr Pulveranteil lassen sie das Maximum vermuten. Danach wäre ein zur Abszisse paralleler Verlauf denkbar, was bedeuten würde, daß eine weitere Erhöhung des Pulveranteils zu keiner Steigerung der Festigkeit führen wird. Diese Tatsache wird schon dadurch zu erklären sein, daß sich die Prüfkörper durch die Schwierigkeiten bei der Herstellung, bedingt durch die dicke Konsistenz des Zementes, linear mit der Steigerung der Festigkeit qualitativ verschlechtern. Die Blasen werden zunehmen. Eine sprunghafte Festigkeitserhöhung in irgendwelchen Konsistenzbereichen wird nicht deutlich. Alle fünf Kurven verlaufen etwa parallel, das heißt ein unmittelbarer Einfluß der Anrührtemperatur auf die Festigkeit ist nicht nachweisbar.

Die Auswertung der Kurven 6 bis 10 erweist sich als wesentlich schwieriger. Ein Ansteigen der Werte ist im großen und ganzen auch hier bei zunehmendem Pulveranteil zu erkennen. Auffallend ist jedoch der unstete Verlauf der Kurven. Worin die Begründung hierfür zu suchen ist, bleibt unklar, zumal jeweils eine Hälfte der auf ihre Bruchfestigkeit geprüften Probe mit dem Schlagpendel untersucht wurde. Man hätte eigentlich einen weitgehend parallelen Verlauf mit den Kurven der Bruchfestigkeit erwartet.

Die Darstellung der Bruchfestigkeit deckt sich weitgehend mit HARTUNGS (10) Druckfestigkeitskurven. Offenbar ist also der Bruchprüfung größerer Wert beizumessen als der Schlagpendelprobe.

DISKUSSION

Aus den Tabellen und Kurven wird erkennbar, daß die Erhöhung des Pulveranteils zu einer merklichen Erhöhung der Festigkeit des Zinkoxyphosphatzementes führt. Am deutlichsten wird dies bei der Bruchprüfung, hier nimmt die Festigkeit konstant zu, während die Werte bei der Schlagpendelprobe stark variieren. Trotzdem zeigen sie eine deutliche Zunahme durchweg bei Erreichen der Standardkonsistenz. WEIKART (28) beklagt sich in seinem Bericht über Schlagbiegefestigkeitsmessungen über eine Streuung seiner Werte von mehr als 30 %. Die Ursache dafür sucht er zum Teil in Fehlerquellen, die zu vermeiden bei der vorliegenden Arbeit versucht wurde: die Abweichung des Mischungsverhältnisses, der Anmischtechnik, der Dauer des Anmischens, der Anrührtemperatur und der Fülltechnik. Eine Ursache war jedoch bei beiden Versuchsreihen nicht auszuschalten, sie beruht auf der Natur des Bruches überhaupt. WEIKART (28) führt aus, daß der Bruch in der Praxis nicht immer quer zur Achse des Prüfkörpers verläuft, sondern teil-

weise längs derselben. Der Bruch besitzt dann einen größeren Querschnitt als er bei der Berechnung zugrunde gelegt wird. Auffälliger als die Streuung innerhalb einer Versuchsreihe ist die teilweise Zu- und Abnahme der Schlagpendelfestigkeiten bei steigendem Pulveranteil, die nur bei grober Betrachtungsweise eine Festigkeitszunahme bei steigendem Pulveranteil erkennen läßt.

Einen Beweis für die stetige Zunahme der Festigkeit bei zunehmendem Pulveranteil liefert HARTUNGs (10) Untersuchung über Druckfestigkeit, die parallel zu den vorliegenden Untersuchungen durchgeführt wurde. Der Kurvenverlauf deckt sich etwa mit den Druckfestigkeitskurven. Auch ein unmittelbarer Einfluß der Anrührtemperatur auf die Druckfestigkeit ist bei HARTUNG (10) nicht zu erkennen. Bei den Untersuchungen dieser Arbeit haben sowohl die Prüfungen auf Bruch- als auf Schlagpendelfestigkeit klar zu erkennen gegeben, daß sich die Anrührtemperatur nur mittelbar auf die Festigkeit auswirkt. Bei gleichbleibendem Mischungsverhältnis und variierter Anrührtemperatur ändern sich die Werte nicht. Dieses Ergebnis steht in deutlichem Widerspruch zu der Auffassung HÖX-BROES (12), der sich der Behauptung Moesers und Bruckmanns anschließt, die Kälte habe eine schädigende Wirkung auf das Zement und eine Erwärmung empfiehlt. Die Anrührtemperatur beeinflusst lediglich die Reaktionsgeschwindigkeit der Phosphorsäure mit dem Zinkoxyd, das bedeutet bei niedriger Anrührtemperatur kommt es während des Anmischens nur in ganz begrenztem Umfang zur Abbindung, die Viskosität also wird durch den Abbindevorgang kaum beeinflusst. Es kann somit bis zum Erreichen der gewünschten Konsistenz mehr Pulver eingerührt werden. Bei hoher Anrührtemperatur dagegen beginnt der Abbindevorgang in größerem Umfang schon während des Mischens, wodurch die Konsistenz erheblich verdickt wird. Natürlich kann die Anrührtemperatur nicht beliebig gesenkt werden. Bei etwa 12^o C beginnt sich Kondenswasser an der Thermosplatte zu bilden. Bei Kronen- und Brückenarbeiten verbietet sich eine zu starke Abkühlung wegen der Schmerzempfindung des Patienten von selbst.

Von großer Wichtigkeit für die Möglichkeit größere Pulvermengen in die Flüssigkeit einzurühren, ist die Anrührtechnik. Die von der ADA vorgeschriebene Technik hat sich ganz besonders bewährt. Durch zu schnelles Einbringen des Pulvers in die Flüssigkeit wird die Abbindung während des Mischens stark beschleunigt.

Ein schlüssiger Vergleich mit den Ergebnissen anderer Autoren ist nur dann möglich, wenn sie entweder bestehende Normen als Arbeitsgrundlage verwandt haben oder aber vollständige Angaben über die Entstehung der Prüfkörper und ihre Maße, sowie die statistische Auswertung gemacht haben.

Zu beiden Versuchsreihen besteht nur eine sehr eingeschränkte Vergleichsmöglichkeit. VOLKMANN (27), dessen Prüfkörper, in Übereinstimmung mit der-

vorliegenden Arbeit, die Maße 25 x 4 x 4 hatten, hat leider die Konsistenz der frisch angerührten Masse nur ungenau festgelegt. Er benutzt eine Konsistenz, die es erlaubt, mit dem Lentulo einen Wurzelkanal abzufüllen. Die Anrührtemperatur betrug 20°C. Maßangaben über die Bruchprüfung liegen nicht vor, demnach ist die Vergleichsmöglichkeit also entscheidend eingeschränkt. Bei der Wertung nach 24 Stunden liegen seine Ergebnisse zwischen 2,204 und 1,714 kg. Die vergleichbaren Werte der vorliegenden Arbeit liegen bei 2,669 kg, wobei die Wertung mit 7-Tage alten Prüfkörpern erfolgte.

Eine bessere Vergleichsmöglichkeit bieten MILISCHS (19) Schlagpendelversuche. Sie berücksichtigte allerdings nicht die Luft- und Plattentemperatur. Die Maße ihrer Prüfkörper betrugen 10 x 4 x 4 mm, der Querschnitt ist also wie bei VOLKMANN (27) identisch mit dem Querschnitt der bei dieser Arbeit verwandten Prüfkörper. Für die "sahnige" Konsistenz wurden 12 Tropfen Flüssigkeit auf ein Gramm Pulver gegeben. Die Anrührzeit betrug 35 Sekunden. Die Werte des normalhärtenden BAYER-Phosphatzementes liegen nach 5 Stunden bei einem Maximum von 1,814 kgcm, nach 2 Tagen bei 0,727 kgcm und nach 8 Tagen bei 0,895 kgcm. Das Zement soll nach ihren Angaben zu diesem Zeitpunkt immer noch keinen chemischen Gleichgewichtszustand erreicht haben. Der vermutlich zu vergleichende Wert von MILISCH (19), wobei angenommen wird, daß es sich bei der "sahnigen" Konsistenz etwa um die Standardkonsistenz und bei der Luft- und Anrührtemperatur um jeweils 21° C gehandelt hat, liegt bei einer Messung nach 8 Tagen bei 0,895 kgcm. Bei der vorliegenden Arbeit nach 7 Tagen bei 1,2 kgcm. Ob dieser Unterschied auf die veränderte Anrührtechnik oder eine Qualitätsverbesserung des Zementes zurückzuführen ist, muß dahingestellt bleiben.

Abschließend seien noch GRIESERS (7) Versuche erwähnt. Er prüft die Pendelschlagfestigkeit, bezeichnet sie aber als Stoßfestigkeit. Die Prüfkörper messen 14,5 x 10 x 3 mm. Das Zement wurde bei Zimmertemperatur auf einer normalen Glasplatte, die unter fließendem Wasser abgekühlt wurde, "nicht zu stark, sonst beschlägt sie", angerührt. Die Mischung stand im Gewichtsverhältnis 1 : 2. Nachdem die Proben 4 Tage bei 37° C im Wärmeschrank aufbewahrt wurden, ergaben sich Werte zwischen 0,1 und 0,2 kgcm.

Bei genauerem Studium der drei vorstehenden Arbeiten, zeigen sich teilweise erhebliche Lücken in den Angaben zur "Vorgeschichte" (RAWITZER, 25). So ließen die Arbeiten MILISCHS (19) und GRIESERS (7) den Abstand der Auftrefflinie des Schlagpendels von der dem Pendel zugewandten äußersten Einspannlinie des Prüfkörpers im Schraubstock, unerwähnt. Unter diesen Umständen kann dem Vergleich dieser Arbeit mit der vorliegenden kein großer Wert beigemessen werden.

ZUSAMMENFASSUNG

Bei den Untersuchungen des Phosphatzementes wurde der Einfluß des Mischungsverhältnisses Pulver - Flüssigkeit und der Anrührtemperatur auf seine Bruch- und Schlagpendelfestigkeit geprüft. Die statistische Auswertung der 825 Versuche, die 1650 Messungen ergaben, läßt nachfolgendes Ergebnis erkennen: Höherer Pulveranteil erhöht die mechanische Festigkeit des Phosphatzementes. Eine Herabsetzung der Anrührtemperatur bedingt eine Verdünnung der Konsistenz, hat aber selbst keinen Einfluß auf die Festigkeit. Bei geringerer Konsistenz kann jedoch mehr Pulver bis zum Erreichen der Verarbeitungsgrenze eingerührt werden.

Daraus müssen für den praktischen Zahnarzt folgende Schlußfolgerungen gezogen werden:

Phosphatzement zum Einzementieren sollte möglichst auf einer gekühlten Anrührplatte, so dick, wie für ein Befestigungszement vertretbar, angerührt werden. Die Temperaturen der Anrührplatte können dabei bis zu 12°C gesenkt werden, sollen diesen Wert jedoch nicht unterschreiten, da sonst die Gefahr der Kondenswasserbildung besteht. Auf diese Weise läßt sich die Festigkeit des erhärteten Zementes und damit der Erfolg der Arbeit zielbewußt erhöhen.

Zu verbindlichem Dank bin ich den Farbenfabriken BAYER A. G. in Leverkusen verpflichtet. Sie haben durch ihre großzügige und uneigennützige Unterstützung die praktische Ausführung der Arbeit ermöglicht.

Mein besonderer Dank gilt Frau Professor Dr. Dr. M. SCHUG-KÖSTERS für die freundliche Überlassung des Themas, sowie Herrn Dr. Dr. SCHACH für die Hilfe bei der Durchführung der Versuche.

LITERATURVERZEICHNIS

1. BRÄNNSTRÖM, M. und NYBORG, H.
Pulpenreaktion gegen Zinkoxyphosphatzement
Odontologisk Revy 37-50 1960/1.
2. COST, A. Chemische und physikalische Eigenschaften neuerer Phosphatzemente und ihre Verwendbarkeit in der konservierenden Zahnheilkunde.
Med. Diss. Köln 1937.
3. DIECK Über eine methodische Prüfung der Silikatzemente.
Dtsch. Mschr. Zahnhk. 225-241 und 289-305, 1922/10.
4. DRUM, W. Prüfungsvorschriften für Phosphatzemente. Erwiderung auf die vorstehende Arbeit, von Prof. Weikart.
DZZ 24 1949/4.

- " - Zur Vereinheitlichung der Materialprüfung in Deutschland.
VDM-Nachrichten Nr. 2
Beilage zur ZR 243 1949/13.
5. EICHNER, K. Leitfaden zahnärztlicher Werkstoffe und ihre Verarbeitung.
Berlinische Verlagsanstalt 1960.
6. GOLDER, P. Die Grundlagen der methodischen Prüfung von Zink- und Aluminiumphosphatzementen.
Med. Diss. Tübingen 1931.
7. GRIESER, E. Grundlagen und Ergebnisse bei der experimentellen Untersuchung einiger jetzt im Handel befindlicher Phosphat-, Silikat- und Steinzemente auf: Anrührzeit, Abbindung, Volumenveränderung, Widerstand gegen Kaudruck, Stoßfestigkeit, Porosität, Wärmeleitvermögen, Hydratisierung, Löslichkeit und Transparenz.
Med. Diss. Berlin 1953.
8. GRUMMT, W.
Zur Frage der Haftintensität von Befestigungsmitteln für zahnärztliche Gußarbeiten.
Med. Diss. Düsseldorf 1958.
9. GUTSCHE, H.
Welchen Einfluß hat die Behandlung des Dentins auf die Haftintensität des Phosphatzementes.
Med. Diss. München 1961.

10. HARTUNG, L. Die Druckfestigkeit des normalhärtenden Zinkoxyphosphatzementes in Abhängigkeit vom Mischungsverhältnis Pulver - Flüssigkeit und von der Temperatur der Anrührplatte.
Med. Diss. München 1961.
11. HENSEL, M. Über die Methoden der Silikatzementprüfung, ihre Vereinfachung und Bewertung.
Dtsch. Mschr. Zahnhk. 494 1922/16.
12. HÖXBROE, A. Untersuchungen über den Einfluß von Temperatur und Feuchtigkeit auf Erhärtungsdauer, Klebekraft und Cohäsion der Phosphatzemente.
Med. Diss. Berlin 1920.
13. von HOFEN, R. Die Abbindungszeiten, Druckfestigkeit und Stoßfestigkeit von Zink- und Aluminiumphosphatzementen.
Med. Diss. Tübingen 1931.
14. HOPPE, E. Die Bedeutung der Oberflächenbearbeitung des Goldes für die Haftintensität des Phosphatzementes.
Med. Diss. München 1961.
15. IDOLSKI, M. Ist die Haftintensität des Zinkoxydphosphatzementes auf die Bildung eines chemischen Zwischenkörpers zurückzuführen?
Med. Diss. Greifswald 1921.
16. JÄNICKE, K. Die Bedeutung der Verarbeitungsweise für die Haftintensität des Phosphatzementes.
Med. Diss. München 1955.
17. KNAPPWOST, A.
Über die Zersetzung und Zersetzungshemmung der Phosphatzemente im Bereich der Mundhöhle.
DZZ 1022 1950/18.
18. KUHN, H. Kritik der amerikanischen Prüfmethode für Phosphatzemente an Hand vergleichender Untersuchungen von Zementen amerikanischer und deutscher Herkunft.
Med. Diss. Köln 1937.
- 18a. KUNERT, W. Neuere Untersuchungen über Phosphatzemente unter besonderer Berücksichtigung der Volumbeständigkeit und Klebekraft.
Med. Diss. Köln 1939.

19. MILISCH, I. Schlagfestigkeitsuntersuchungen an Zinkphosphatzementen während ihres Erhärtungsvorganges an der Luft und im Hypophosphor bei Körperwärme.
Med. Diss. Berlin 1938.
20. NEUKOMM, P.
Löslichkeit, Druckfestigkeit und Porosität zahnärztlicher Zinkoxyphosphatzemente.
Med. Diss. Zürich 1953.
21. NIEDERSTRASSER, E.
Untersuchungen über Phosphatzemente unter besonderer Berücksichtigung des Bayer-Phosphatzementes.
Med. Diss. Heidelberg 1937.
22. PAFFENBARGER, G. und BEALL, J.
Americ. Dent. Assoc. Specification Nr. 8 for Dental Zink Phosphate Cement.
First Revision (Effective July 1, 1938).
J. A. D. A. 24, 2019 1937.
23. PRAEGER Untersuchungen über Silikatzemente.
DZW 407 1930/8.
24. PROELL Experimentelle Untersuchungen über die Ursache des Zahnpulpatodes unter Silikatzementen nebst theoretisch praktischen Studien über Zemente und andere Füllmaterialien,
DMZ 31 1913/2.
25. RAWITZER, W.
Allgemeine Methoden der Materialprüfung bei Untersuchung von Zahnzementen.
DZW 1131 1932/21.
- 25a.. SCHMÖGER, A.
Die Haftintensität des Zinkoxyphosphatzementes in Abhängigkeit von der Goldoberfläche und dem Anrührverhältnis zwischen Pulver und Flüssigkeit bei verschiedener Anrührplattentemperatur.
Med. Diss. München 1962.
26. SPANNER, J. Klebrigkeit und Haftfestigkeit von Zinkphosphatzementen.
DZW 1253 1930/23.

27. VOLKMANN, K.
Vergleichende Untersuchungen an Phosphatzementen.
Med. Diss. Frankfurt 1954.
28. WEIKART, P. Zur Frage der Prüfungsvorschriften für zahnärztliche Werk-
stoffe.
DZZ 1550 1949/24.
- " - Zur Prüfung von Zahnzementen auf ihre Festigkeit.
DZZ 30 1951/1.

LEBENS LAUF

Am 13. Juni 1936 wurde ich als erster Sohn von drei Kindern des Dipl. Ing. Erhard Wiechmann und seiner Ehefrau Margarete, geborene Ruhnke, in Berlin geboren. 1939 verzogen meine Eltern nach Stuttgart. Hier wurde ich 1942 eingeschult und legte 1955 die Reifeprüfung ab. Am 2. Mai 1955 immatrikulierte ich mich in Heidelberg für das zahnmedizinische Studium. Fünf vor-klinische und ein klinisches Semester absolvierte ich in Heidelberg, bevor ich mich an der Münchner Universität einschrieb. Nach den zehn vorgeschriebenen Semestern erhielt ich am 30. Juni 1960 in München meine Approbation. Meine Assistentenzeit begann an der Universitätsklinik München und führte mich über eine schwäbische Landpraxis schliesslich nach Mannheim, wo ich in absehbarer Zeit selbstständig praktizieren werde.

